

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-100499

(43)Date of publication of application : 15.04.1997

(51)Int.Cl.

C11D 11/00

B01F 17/12

C11D 1/12

C11D 11/04

(21)Application number : 08-042811

(71)Applicant : SANKYO YUSHI KK

(22)Date of filing : 29.02.1996

(72)Inventor : MIYAMOTO YOSHINOBU  
MURATOMI HIROTAKA

(30)Priority

Priority number : 07194606    Priority date : 31.07.1995    Priority country : JP

(54) PRODUCTION OF HIGH-DENSITY/HIGH-CONCENTRATION GRANULAR DETERGENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a high-density/high-concentration granular detergent excellent in fluidity, whiteness and ready solubility by directly neutralizing an unneutralized alkylbenzenesulfonic acid. SOLUTION: This detergent is obtained by the following two consecutive processes: a mixture of  $\geq 4$ mol, per mol, of a unneutralized alkylbenzenesulfonic acid, of anhydrous sodium carbonate 30-500 $\mu$ m in granular size and  $\geq 0.1$ mol of granular or flaky anhydrous sodium hydroxide or anhydrous potassium hydroxide is blended with a virtually anhydrous unneutralized alkylbenzenesulfonic acid under agitation in a low-circumferential speed agitator such as a ribbon mixer followed by gently mixing so as not to exceed 90° C in the temperature of the mixture to effect neutralization of part of the alkylbenzenesulfonic acid; and 2nd process: the resultant partially neutralized product is incorporated with other detergent ingredients followed by kneading the mixture in a high-power shear kneader such as a screw extruder to effect complete neutralization of the alkylbenzenesulfonic acid.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 28.02.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 02.08.2005

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-100499

(43) 公開日 平成9年(1997)4月15日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 1 D	11/00		C 1 1 D	11/00
B 0 1 F	17/12		B 0 1 F	17/12
C 1 1 D	1/12		C 1 1 D	1/12
	11/04			11/04

審査請求 未請求 請求項の数9 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平8-42811

(22) 出願日 平成8年(1996)2月29日

(31) 優先権主張番号 特願平7-194606

(32) 優先日 平7(1995)7月31日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 595109801

三協油脂株式会社

熊本県熊本市蓮台寺町692番地

(72) 発明者 宮本 好信

熊本県熊本市上の郷町452-7

(72) 発明者 村富 浩隆

熊本県下増城郡城南町宮地471-8

(74) 代理人 弁理士 青麻 昌二

(54) 【発明の名称】 高密度・高濃度粒状洗剤の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 未中和アルキルベンゼンスルホン酸を直接中和して流動性、白度、易溶性に優れた高密度・高濃度粒状洗剤を製造できる実用的な方法である。

【構成】 未中和アルキルベンゼンスルホン酸1モルに対し4モル以上の粒径30～500 $\mu$ mの無水炭酸ナトリウムと0.1モル以上の粒状又は薄片状の無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムの混合物を低周速攪拌装置、例えばリボンミキサー内で攪拌しながら実質的に無水の未中和アルキルベンゼンスルホン酸を添加し温度が90℃を越えないように緩やかに混合してアルキルベンゼンスルホン酸の一部を中和して部分中和物にする第1工程、該部分中和物にその他の洗剤配合成分を添加し強力混練剪断装置、例えばスクルー押出機内で混練してアルキルベンゼンスルホン酸を完全に中和する第2工程を含む。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 未中和アルキルベンゼンスルホン酸1モルに対し4モル以上の粒径30～500 $\mu$ mの無水炭酸ナトリウムと0.1モル以上の粒状又は薄片状の無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムの混合物を低周速攪拌装置内で攪拌しながら実質的に無水の未中和アルキルベンゼンスルホン酸を添加し温度が90℃を越えないように緩やかに混合してアルキルベンゼンスルホン酸の一部分を中和して部分中和物にする第1工程、該部分中和物にその他の洗剤配合成分を添加し強力混練剪断装置内で混練してアルキルベンゼンスルホン酸を完全に中和する第2工程を含むことを特徴とする高密度・高濃度粒状洗剤の製造方法。

【請求項2】 第1工程における無水炭酸ナトリウムの使用量が未中和アルキルベンゼンスルホン酸1モルに対し4モル以上6モル以下である請求項1に記載の高密度・高濃度粒状洗剤の製造方法。

【請求項3】 第1工程における無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムの使用量が未中和アルキルベンゼンスルホン酸1モルに対し0.1モル以上1.0モル以下である請求項1に記載の高密度・高濃度粒状洗剤の製造方法。

【請求項4】 粒径3mm以下の粒状の無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムを使用する請求項1に記載の高密度・高濃度粒状洗剤の製造方法。

【請求項5】 第1工程において無水炭酸ナトリウムと無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムの混合物に、未中和アルキルベンゼンスルホン酸を滴下することにより逐次添加する請求項1に記載の高密度・高濃度粒状洗剤の製造方法。

【請求項6】 低周速攪拌装置の攪拌機の外周速を1m/秒以下とする請求項1に記載の高密度・高濃度粒状洗剤の製造方法。

【請求項7】 第1工程の低周速攪拌装置における攪拌速度、無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムの添加割合、或は未中和アルキルベンゼンスルホン酸の添加速度を増減して温度が90℃を越えないように制御する請求項1に記載の高密度・高濃度粒状洗剤の製造方法。

【請求項8】 第1工程で生成したアルキルベンゼンスルホン酸の部分中和物に添加するその他の洗剤配合成分が、粉末石鹼、アニオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤、アルカリ剤、無機電解質、キレート剤、再汚染防止剤、蛍光染料及び香料からなる群から選ばれる1種又は2種以上である請求項1に記載の高密度・高濃度粒状洗剤の製造方法。

【請求項9】 第1工程で生成したアルキルベンゼンスルホン酸の部分中和物に添加するその他の洗剤配合成分が、粉末石鹼、ノニオン界面活性剤及び粉末状ゼオライトを含むものである請求項1に記載の高密度・高濃度粒

状洗剤の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、高密度・高濃度粒状洗剤、特に洗濯用洗剤の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】粒状洗剤、特に一般家庭で使用する洗濯用粒状洗剤は、かつては低密度・低濃度でかさ高なものが消費者に好まれ、原料組成物の水溶液を噴霧乾燥することにより製造されていたが、省資源や包装費、配送費の低減を目的として高密度・高濃度の粒状洗剤が登場し普及するに至った。しかし一方では流動性、易溶性も要求されるので、いったん噴霧乾燥物を作り、これを粉碎、圧縮して高密度・高濃度の粒状洗剤とする方法（特公平6-80160号）が取られている。しかし噴霧乾燥はかなりの熱エネルギーを消費する。また噴霧乾燥塔は広い敷地面積を必要とし建設費もかさむ。そこでアルキルベンゼンスルホン酸のような未中和のスルホン化物又は／及び硫酸化物を炭酸ナトリウムで中和し粒状化する方法が提案された。特公平2-7360号には、未中和のスルホン化物又は／及び硫酸化物（以下未中和物という）を、該未中和物1モルに対し2～10モルの炭酸ナトリウム及び1～10モルの水分と共に強力剪断装置内で中和、混合し、40℃以下に冷却後、粉末状ゼオライト及びその他の洗剤配合物と共に粉碎ないしは解砕して造粒することよりなる超濃縮粉末洗剤の製法が開示されている。しかし現時点では商業化されるに至っていない。また工業的に許容し得る時間内に40℃以下まで冷却するには強制冷却装置（例えば流動床冷却装置）を必要とし、やはりコスト上昇を招く。また特開平2-86700号公報には水性界面活性剤ペーストと洗浄性ビルダーを混合し、均一なドウ状となし、これをドライアイスなどにより-25～-20℃に冷却し、微細に混合分散し造粒する製造方法が提案されているが、実生産に際しては膨大なランニングコストがかかる。

【0003】本発明者らは、アルキルベンゼンスルホン酸と無水炭酸ナトリウムとの直接中和反応について検討した結果、下記の知見を得た。

（1）工業材料として市販されている無水炭酸ナトリウム（平均粒径50～500 $\mu$ m）とアルキルベンゼンスルホン酸との直接中和反応は不活発で、強力混練剪断装置内で混練しても工業的に許容し得る時間内に完結しない。粒径10 $\mu$ m以下に微粉碎した無水炭酸ナトリウムを使用すれば中和反応完結時間は短くなるが、反応が活発になりすぎて制御が困難になり温度が急上昇して中和生成物が黄変する恐れがある。また無水炭酸ナトリウムを微粉碎することはコスト上昇を招く。

（2）無水炭酸ナトリウムとアルキルベンゼンスルホン酸との混合物に水を添加して含水系で強力に混合すると、中和反応は活発に進行するが、原料の状態（例えば

無水炭酸ナトリウムの平均粒径や粒度分布)や反応環境(例えば気温)の僅かな変化で反応速度が大きく変化し、温度が急上昇して中和生成物が黄変することがあり、安定した工程管理、品質管理が困難である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、未中和アルキルベンゼンスルホン酸を直接中和して流動性、白度、易溶性に優れた高密度・高濃度粒状洗剤を製造できる実用的な方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明に関する高密度・高濃度粒状洗剤の製造方法は、未中和アルキルベンゼンスルホン酸1モルに対し4モル以上の粒径30~500 $\mu$ mの無水炭酸ナトリウムと0.1モル以上の粒状又は薄片(フレーク)状の無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムの混合物を低周速攪拌装置内で攪拌しながら実質的に無水の未中和アルキルベンゼンスルホン酸を添加し温度が90℃を越えないように緩やかに混合してアルキルベンゼンスルホン酸の一部分を中和して部分中和物にする第1工程、該部分中和物にその他の洗剤配合成分を添加し強力混練剪断装置内で混練してアルキルベンゼンスルホン酸を完全に中和する第2工程を含むことを特徴とする。

【0006】本発明における第1の要点は、反応性が良い粒状又は薄片状の無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムを加えて未中和アルキルベンゼンスルホン酸と反応させ、反応熱によりこの非水反応系の温度を上昇させて、室温では反応速度が遅く実用的でない未中和アルキルベンゼンスルホン酸と無水炭酸ナトリウムの中和反応を開始させることである。第2の要点は、この段階で未中和アルキルベンゼンスルホン酸の中和が急速に進行して温度が急上昇し混合物が黄変したりしないように、低周速攪拌装置内で緩やかに混合して混合物の温度が90℃を越えないように制御することである。低周速攪拌装置とは、リボン、パドル、ゲート、アンカー等の回転羽根形状を持ち、その外周速(リボン等の掻き取り速度)が2m/秒以下のものとともに定義するもので、例えばリボンミキサー、ドラムミキサー、パドルミキサー、回転円筒形ミキサーなどが例示される。本発明の実施に当たっては低周速攪拌装置の回転羽根の外周速は1m/秒以下とすることが望ましい。このような条件ではアルキルベンゼンスルホン酸の中和率は50~80%の範囲である。未中和アルキルベンゼンスルホン酸は、液滴の周囲に無水炭酸ナトリウムの粉末が付着した「ままこ」或は「だま」の状態で存在する。次いでこの部分中和物にその他の洗剤配合成分を添加し強力混練剪断装置内で混練する。強力混練剪断装置としては、例えばスクリュウ式押出機、コンティニアスニーダなどが例示される。ここでは強力混練剪断作用により前記の「ままこ」或は「だま」が潰されてアルキルベンゼンスルホン酸は

完全に中和される。この段階では新たに添加されたその他の洗剤配合成分により増量されているので、残りの中和反応が進行しても温度が急上昇することはない。最後に完全中和した生成物を任意の方法により粒状化すれば高密度・高濃度粒状洗剤が得られる。

【0007】

【発明の実施の形態】無水炭酸ナトリウムとしては粒径30~500 $\mu$ mのものを使用する。粒径30 $\mu$ m以下のものは工業材料として入手することが困難である。工業材料として入手できる無水炭酸ナトリウムを粉碎すれば粒径30 $\mu$ m未満にすることもできるが、装置及び工程が増えるのでコスト的に不利である。本発明によれば工業的に入手できる粒径のものを使用できるので、あえて粒径30 $\mu$ m未満にする必要がない。一方、非水系では炭酸ナトリウムの反応はその表面で起こるので、粒径が500 $\mu$ mを越えるものは、反応する表層の面積が小さくなりすぎ、共に添加した水酸化ナトリウム又は水酸化カリウムの反応による温度上昇下でも反応性が悪く、工業的に許容し得る時間内に所定の反応度を得ることが困難になる。無水炭酸ナトリウムは未中和アルキルベンゼンスルホン酸1モルに対し4モル以上、好ましくは4~6モルの範囲で使用する。4モル未満では部分中和物が餅状になり易く、混合及び後工程での取り扱いが困難になる。6モル以上使用することはさしつかえないが、相対的に界面活性成分の含有量が低くなり高濃度化の目的を達成できない。

【0008】第1工程における粒状又は薄片(フレーク)状の無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムの使用量は、未中和アルキルベンゼンスルホン酸1モルに対し0.1モル以上1.0モル以下とすることが望ましい。0.1モル未満では無水炭酸ナトリウムと未中和アルキルベンゼンスルホン酸の反応が活発になる温度まで上昇せず、1.0モルを越えて使用すると反応温度が90℃を越えないように制御することが困難になる。無水水酸化ナトリウムと無水水酸化カリウムは併用しても良い。その場合は合計量として上記の量を使用する。無水炭酸ナトリウムの粒径と、無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムの添加量との間には逆相関関係がある。無水炭酸ナトリウムの粒径が大きい(粗い)場合は無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムの添加量を多めに、無水炭酸ナトリウムの粒径が小さい(細かい)場合は無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムの添加量を少なめにするのが良い。例えば、市販品として入手が容易な平均粒径80~120 $\mu$ mの炭酸ナトリウムを未中和アルキルベンゼンスルホン酸1モルに対し4~6モル使用した場合、無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムの添加量は0.5~1.0モル、好ましくは0.6~0.8モルの範囲である。0.5モル未満では反応温度の上昇が遅く、工業的に許容し得る時間内に所定の反応度を得ることが困難になる。また

1. 0モルを越えると反応温度の上昇が早くなり、反応の温度制御が困難になる。

【0009】粒状の無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムを使用する場合は、粒径3mm以下のものを使用することが好ましい。非水系では粒状水酸化ナトリウム又は粒状水酸化カリウムの反応もその表面で起こるので、粒径3mmを越えるものは反応速度が遅くなり好ましくない。

【0010】無水炭酸ナトリウム及び粒状又は薄片（フレーク）状の無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムの混合物と未中和アルキルベンゼンスルホン酸とを混合して反応させ、しかも反応を完結せず反応物の温度が90℃を越えないようにするためには、低周速攪拌装置を使用し緩やかに混合することが重要であるが、上記のごとく無水炭酸ナトリウムの粒径の大小に応じて無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムの使用割合、低周速攪拌装置内での攪拌速度、攪拌時間、或は未中和アルキルベンゼンスルホン酸の添加速度を増減することにより温度を制御することができる。反応促進剤として水を添加した場合（先行技術）は中和反応が水相において行われるため、中和反応を大きく加速し中和反応度のコントロールを著しく困難にすると共に添加された水分は中和生成物を粘稠にし、後工程における作業性及び最終製品の流動性に悪影響を及ぼすのに対し、本発明では中和反応度の制御と温度制御が容易であると共に、外部から水を導入しないため第1工程の部分中和物は流動性が良く後工程における作業性及び最終製品の流動性が優れている。

【0011】本発明で使用する未中和アルキルベンゼンスルホン酸としては、従来から広く界面活性剤原料として使用されている平均炭素数10～16のアルキル基を有する直鎖のアルキルベンゼンスルホン酸が環境保全の観点から好ましい。

【0012】第2工程において、第1工程生成物に添加するその他の洗剤配合成分とは、洗浄力、製品物性及び商品特性を考慮して予め決定された比率で配合されるすべての洗剤配合成分から、第1工程及び第2工程における無水炭酸ナトリウム及び水酸化ナトリウム又は水酸化カリウムとアルキルベンゼンスルホン酸との反応により生成するアルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム、アルキルベンゼンスルホン酸カリウム及び過剰の無水炭酸ナトリウムを除いた成分であり、以下のものが例示される。

【0013】界面活性剤としては、実質的に無水のものの、平均炭素数10～16のアルキル基を有するアルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキル又はアルケニルエーテル硫酸塩、オレフィンスルホン酸塩、アルカンスルホン酸塩、飽和又は不飽和脂肪酸塩、アルキル又はアルケニルエーテルカルボン酸塩、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸塩又はそのエステル、アミノ酸型界面活性剤、アシルアミノ酸型

界面活性剤などのアニオン界面活性剤、或はポリオキシアルキレンアルキル又はアルケニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、高級脂肪酸アルカノールアミド又はアルキレンオキサイド付加物、蔗糖脂肪酸エステル、脂肪酸グリセリンモノエステル、アルキルアミノオキサイドなどのノニオン界面活性剤の中から、洗浄力に重点を置いて適宜選択できる。

【0014】界面活性剤以外の成分としては、炭酸塩、硫酸塩、珪酸塩などのアルカリ剤が挙げられる。炭酸ナトリウムは第1工程で最初に添加したもののほか、さらに追加することもできる。このほか、エタン-1, 1-ジホルホン酸塩等のホスホン酸の塩、2-ホスホノブタン-1, 2-ジカルボン酸等のホスホノカルボン酸の塩、アスパラギン酸、グルタミン酸等のアミノ酸の塩、ニトリロ三酢酸塩、エチレンジアミン四酢酸塩等のアミノポリ酢酸塩、ポリアクリル酸、ポリアコニット酸等の高分子電解質、ポリエチレングリコール、ポリビニルピロリドン等の非電離高分子、蔞酸、クエン酸等の有機酸塩、アルミノ珪酸塩（ゼオライト）等の有機、無機キレート剤、ポリオキシメチレングリコール、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、カルボキシメチルセルロースなどの再汚染防止剤が挙げられる。第1工程生成物は温度があまり高くないので、蛍光染料及び香料などもこの段階で添加することができる。

【0015】以下実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に限定されるものではない。

#### 【0016】

【実施例1】低周速攪拌装置としてリボンミキサー（相互産業株式会社製）を使用し、その中で粒状無水炭酸ナトリウム（平均粒径100 $\mu$ m）420kg及び粒状の無水水酸化ナトリウム（粒径3mmのパール状）22kgを攪拌しながら実質的に無水の未中和直鎖アルキルベンゼンスルホン酸300kgを滴下しリボンミキサーの回転羽根の外周速0.3m/秒で5分間混合した。アルキルベンゼンスルホン酸に対する無水炭酸ナトリウムのモル比は約4.3、無水水酸化ナトリウムのモル比は約0.6であった。リボンミキサー中の粉体は自由流動性で温度は65℃であった。反応温度より見て、この第1工程における直鎖アルキルベンゼンスルホン酸の中和率は60%程度と推定される。この部分中和物に粉末石鹼、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル（ノニオン界面活性剤）、ポリエチレングリコール、粉末状ゼオライト、蛍光染料及び香料を合計267kg添加・混合し、強制冷却することなくそのまま強力混練剪断装置としてのスクレーパー式押出機（不二パウダル株式会社製、ベレッターW:EXDFJ-18）内で圧縮・混練して直鎖アルキルベンゼンスルホン酸を完全に中和すると共に押出部に送り開孔を有する金網に押しつけて金網の開孔部より円柱状の押出物を得た。円柱状に押し出さ

れた押出物をハンマーミル（ホソカワミクロン株式会社製）で粉碎し粒径約2.5mmに整粒した。製品は流動性で、見掛け比重は0.75～0.85g/cm<sup>3</sup>の範囲であった。

【0017】

【実施例2】実施例1で使用したリボンミキサー内で無水炭酸ナトリウム（平均粒径100μm）420kg及び粒状の無水水酸化ナトリウム（粒径3mmのパール状）30kgを攪拌しながら実質的に無水の未中和直鎖アルキルベンゼンスルホン酸300kgを滴下し、リボンミキサーの回転羽根の外周速0.3m/秒で5分間混合した。アルキルベンゼンスルホン酸に対する無水炭酸ナトリウムのモル比は約4.4、無水水酸化ナトリウムのモル比は約0.8であった。リボンミキサー中の粉体は自由流動性で温度は80℃であった。反応温度より見て、この第1工程における直鎖アルキルベンゼンスルホン酸の中和率は80%程度と推定される。この部分中和物に粉末石鹸、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル（ノニオン界面活性剤）、ポリエチレングリコール、粉末状ゼオライト、蛍光染料及び香料を合計267kg添加・混合し、強制冷却することなくそのまま実施例1で使用したスクリー式押出機内で圧縮・混練して直鎖アルキルベンゼンスルホン酸を完全に中和すると共に押出部に送り、開孔を有する金網に押しつけて金網の開孔部より円柱状の押出物を得た。円柱状に押し出された押出物をハンマーミルで粉碎し粒径約2.5mmに整粒した。製品は流動性で、見掛け比重は0.75～0.85g/cm<sup>3</sup>の範囲であった。

【0018】

【比較例1】実施例1で使用したリボンミキサー内で無水炭酸ナトリウム（平均粒径100μm）420kg及び4.8%水酸化ナトリウム水溶液52kgを攪拌しながら実施例1で使用した未中和直鎖アルキルベンゼンスル

\*ホン酸300kgを滴下しリボンミキサーの回転羽根の外周速0.3m/秒で5分間混合した。アルキルベンゼンスルホン酸に対する無水炭酸ナトリウムのモル比は約4.4、水酸化ナトリウムのモル比は約0.7、水酸化ナトリウム水溶液の形で添加された水のモル比は約1.5であった。ミキサー中の粉体の温度は95℃で、中和物はやや褐色を帯びたので、この時点で配合を中止した。

【0019】実施例1及び実施例2で得られた洗剤及び及び市販の高密度・高濃度粒状洗剤について、溶解性及び粉体白度を測定した。

【0020】溶解性は、一つの洗剤につき3個の200mlのビーカーを用意し、それぞれに10℃の冷水を200ml入れた。これを恒温槽に入れ、マグネチックスターラーで攪拌している中へ洗剤を同時に0.332g（50g/30リットルに相当）投入した。この時点を開始時点として、2分後に1個、5分後に1個、10分後に1個取り出し、それぞれを重量既知のガラスフィルターで吸引濾過し、乾燥後、重量を測定し、ガラスフィルター上の残留物の中にはゼオライト等の水不溶分が含まれており、各洗剤で配合割合が異なる。そこで水不溶分をあらかじめ測定し、上記の洗剤残留量測定値より差し引いて水可溶分の溶解性で各洗剤を比較した。水不溶分の測定方法は、25℃の水を使用して、上記と同じ条件で40分間攪拌し、その後同様に濾過、乾燥し重量を測定した。水可溶分の洗剤残留率は、（洗剤残留量－水不溶分）÷（試料－水不溶分）×100で示される。洗剤残留量及び水不溶分の測定値を表1に、水可溶分の洗剤残留率を表2に示す。

【0021】

【表1】

試料	洗剤残留量 10℃			水不溶分 25℃
	2分後	5分後	10分後	40分後
実施例1	0.083g	0.062g	0.060g	0.052g
実施例2	0.105g	0.088g	0.082g	0.056g
市販洗剤	0.119g	0.105g	0.094g	0.069g

【0022】

【表2】

水可溶分の洗剤残留率			
試料	2分後	5分後	10分後
実施例1	11.1%	3.7%	2.9%
実施例2	17.8%	11.6%	9.5%
市販洗剤	19.0%	13.7%	9.5%

た。評価結果を表3に示す。

◎：純白、透明感のある白さ

○：白色、透明感はないが、ほとんど着色のない状態

△：クリーム色、全体的に黄色味を帯びているか、淡茶褐色の粒子が少量（10%以内）混在している。

×：淡黄色、全体が黄変しているか、淡茶褐色の粒子が10%以上混在している。

【0024】

【表3】

	粉体白度	溶解性
実施例1	○	市販洗剤より良
実施例2	○	市販洗剤と同等
比較例1	△	—
市販洗剤	○	基準

【0025】

【実施例3】粒状の無水水酸化ナトリウム（粒径3mmのパール状）22kgの代りに、薄片（フレーク）状の無水水酸化カリウム31kg（アルキルベンゼンスルホン酸に対するモル比は約0.6）を使用した以外は実施

例1と同様にして粒径約2.5mmに整粒した高密度・高濃度粒状洗剤を得た。製品は流動性で、見掛け比重は0.75～0.85g/cm<sup>3</sup>の範囲で、性状は実施例1の製品とほぼ同じであった。

【0026】

【発明の効果】未中和アルキルベンゼンスルホン酸を直接中和して流動性、白度、易溶性に優れた高密度・高濃度粒状洗剤を製造できる。無水炭酸ナトリウムの粒径の大小に応じて無水水酸化ナトリウム又は無水水酸化カリウムの添加割合、低周速攪拌装置内での攪拌速度、攪拌時間、或は未中和アルキルベンゼンスルホン酸の添加速度を増減することにより中和反応度及び温度を制御することができる。反応促進剤として水を添加した場合（先行技術）は中和反応が水相において行われるため、中和反応を大きく加速し中和反応度のコントロールを著しく困難にすると共に添加された水分は中和生成物を粘稠にし、後工程における作業性及び最終製品の流動性に悪影響を及ぼすのに対し、本発明では中和反応度の制御と温度制御が容易であると共に、外部から水を導入しないため第一工程の部分中和物は流動性が良く、後工程における作業性及び最終製品の流動性が優れている。